

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

7258X

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-223098

| ⑬ Int.Cl. <sup>4</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号  | ⑭ 公開 昭和63年(1988)9月16日 |
|------------------------|------|---------|-----------------------|
| C 11 D 10/02           |      | 7614-4H |                       |
| // A 61 K 7/06         |      | 7430-4C |                       |
| D 06 M 11/04           |      |         |                       |
|                        |      | 6768-4L |                       |
|                        |      | 6768-4L |                       |
|                        |      | 6768-4L |                       |
| (C 11 D 10/02          |      | 7614-4H |                       |
| 1:72                   |      | 7614-4H |                       |
| 3:20                   |      | 7614-4H |                       |
| 3:04                   |      | 7614-4H |                       |
| 1:38)                  |      |         |                       |
|                        |      |         | 審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁) |

⑮ 発明の名称 柔軟剤組成物

⑯ 特 願 昭62-57605

⑰ 出 願 昭62(1987)3月12日

⑱ 発 明 者 中 村 和 人 神奈川県横浜市保土ヶ谷区狩場町26番地の1  
 ⑱ 発 明 者 佐 々 木 久 美 神奈川県横浜市保土ヶ谷区天王町2-50-1  
 ⑱ 発 明 者 横 井 健 二 千葉県千葉市長作町1682-416  
 ⑲ 出 願 人 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号  
 ⑳ 代 理 人 弁理士 中 村 稔 外5名

## 明 細 書

1. 発明の名称 柔軟剤組成物

2. 特許請求の範囲

- (1) (A) カチオン性柔軟化剤 7~50重量%  
 (B) ポリアルキレンオキシド付加型で、且つ親油基のアルキル基が直鎖型であるノニオン界面活性剤 0.02~10重量%  
 (C) ポリアルキレンオキシド付加型で、その構造の一部に、芳香族又は脂環族から成る環状基を有するノニオン活性剤 0.02~10重量%  
 (D) 無機電解質 0.005~5重量%  
 (E) 炭素数2~6の多価アルコール 1~50重量%

(F) バランスとしての水

を含有することを特徴とする柔軟剤組成物。

- (2) 成分(B)がポリオキシアルキレン直鎖アルキルエーテル、ポリオキシアルキレン直鎖脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレン直鎖アルキルアミド、又はポリオキシアルキレン直鎖アルキルアミンである特許請求の範囲第(1)項記載の

柔軟剤組成物。

- (3) 成分(B)及び成分(C)のアルキレンオキシドの付加モル数が平均20~80モルである特許請求の範囲第(1)項又は第(2)項記載の柔軟剤組成物。

- (4) 成分(B)及び成分(C)のアルキレンオキシドがエチレンオキシドである特許請求の範囲第(1)項ないし第(3)項のいずれか1項に記載の柔軟剤組成物。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、各種衣料、毛髪等に幅広く柔軟性を付与できる柔軟剤組成物、特に粘度特性を改良した高濃度の柔軟剤組成物に関するものである。

## 〔従来の技術〕

従来のカチオン性柔軟化剤を4重量%程度含む液状の柔軟剤に代って、柔軟化剤の配合量を高めた、いわゆる高濃度タイプの柔軟剤の開発が、最近盛んに行なわれている。これは、高濃度化によって、輸送経費の軽減等を主目的とするものであるが、カチオン性柔軟化剤を含有する水性液体の挙動は複雑であり、高濃度化には多大の困難が伴っている。

すなわち、特に水不溶性又は水難溶性のカチオン柔軟化剤を微分散させた水性液体では、高濃度化や他の添加物の配合によって又は温度変化によって急激に増粘したり、液分離を生ずるからである。そこで、これらの点を解決するための技術が種々提案されている。

例えば、カチオン性柔軟剤として、第4級アンモニウム塩とイミダゾリニウム塩を用い、これにプロトン化したポリオキシエチレンアルキルアミン及び低級アルコールを加えたもの(特開昭55-51377号)、第4級アンモニウム塩に脂肪酸アミンのポリグリコールエーテル、脂肪アルコール又は脂肪酸のポリグリコール付加物、低級アルコール及び酸を加えたもの(特開昭58-203468号)、カチオン系柔軟化剤に、短鎖ポリアルキレンオキシド(7モル以下)付加型ノニオン、電解質及び低級1価アルコールを加えたもの(特開昭59-130369号)、水不溶性柔軟化剤にポリオキシアルキレンアミンを用い、更に高アルキレンオキシド付加(2.5~7.5モル)脂肪アルコール(又はアルキルフェノール)型ノニオン及び低アルキレンオキシド付加(1~5モル)脂肪アルコール(又はアルキルフェノール)型ノニオンを加えたもの(欧州特許EP-0123231号)等である。

しかしながら、これらの方法では、カチオン性

柔軟剤を高濃度で含んだ状態での温度変化による増粘の防止及び液分離の防止の点について充分とはいえなかった。特に、柔軟剤系が凍結してしまう様な条件下では、系が再び融点以上に暖められても、ゲル状になってしまい、凍結前の液状には復元しない。この耐凍結性については、冬期の気象条件によっても左右されるが、一般に通常の倉庫保管を考慮した場合、-15℃での凍結復元性に耐える必要がある。

## 〔発明が解決しようとする問題点〕

従って、本発明は、カチオン性柔軟化剤を高濃度で含んだ状態での温度変化による液分離及び増粘の防止、特に凍結復元性を改良した柔軟剤組成物を提供することを目的とする。

## 〔問題点を解決する為の手段〕

本発明は、ポリアルキレンオキシド付加型でアルキル基が直鎖状のノニオン界面活性剤とポリアルキレンオキシド付加型で構造の一部に環状基を有するノニオン界面活性剤とを併用し、これに無機電解質及び低級多価アルコールを組合せると、

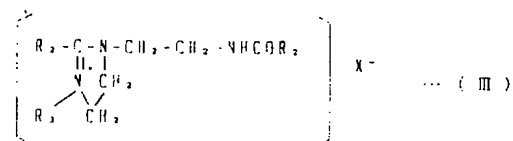
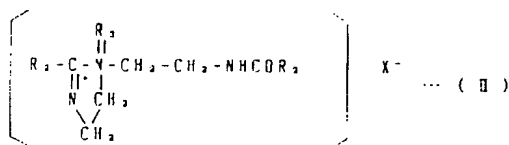
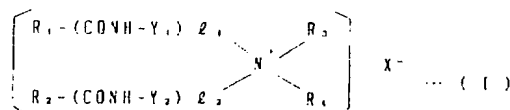
カチオン性柔軟剤を高濃度で含む系の上記問題点を効果的に解消できるという知見に基づくものである。

即ち、本発明は、

- (A) カチオン性柔軟化剤 7~50重量%
  - (B) ポリアルキレンオキシド付加型で、且つ親油基のアルキル基が直鎖型であるノニオン界面活性剤 0.02~10重量%
  - (C) ポリアルキレンオキシド付加型で、その構造の一部に、芳香族又は脂環族から成る環状基を有するノニオン活性剤 0.02~10重量%
  - (D) 無機電解質 0.005~5重量%
  - (E) 炭素数2~6の多価アルコール 1~50重量%
  - (F) バランスとしての水
- を含有することを特徴とする柔軟剤組成物を提供するものである。

本発明の成分(A)として、各種アミン塩、第4級アンモニウム塩等陽離子や毛髪などに柔軟性を付与できるものはすべて使用可能である。通常は、水難溶性又は水不溶性の第4級アンモニウム塩型

カチオン界面活性剤、例えば炭素数8～25のアルキル基またはアルケニル基を分子内に少なくとも2個有する第4級アンモニウム塩が使用される。これらのうち炭素数10～24のアルキル基またはアルケニル基を分子内に2個有する第4級アンモニウム塩が好ましく、例えば次の一般式(I)で表わされるアンモニウム塩、アミドアンモニウム塩、及び一般式(II)(III)で表わされるイミダゾリニウム塩があげられる。



(式I、II、III中、 $R_1$ 、 $R_2$ はそれぞれ炭素数10～24のアルキル基、ヒドロキシアルキル基またはアルケニル基、 $R_3$ 、 $R_4$ はそれぞれ炭素数1～3のアルキル基、ヒドロキシアルキル基またはベンジル基、 $-(C_2H_4O)_{\ell_3}H$  ( $\ell_3=1\sim5$ )で示される基、 $Y_1$ 、 $Y_2$ はそれぞれエチレン基またはプロピレン基、 $\ell_1$ 、 $\ell_2$ は0または1の数、 $X$ はハロゲンまたは炭素数1～3のモノアルキル硫酸基を示す。)

具体的には、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド、ジパルミチルメチルヒドロキシエチルアンモニウムメチルサルフェート、ジ水素添加牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルメチルポリオキシエチレン(平均重合度5モル)アンモニウムクロライド、ジ水素添

加牛脂アルキルエチルベンジルアンモニウムクロライド、ジテトラデシルジメチルアンモニウムクロライド、ジ[(2-オクタデカノイルアミド)エチル]ジメチルアンモニウムクロライド、ジ[(2-オクタデカノイルアミド)エチル]ジメチルアンモニウムメトサルフェート、エチル-1-オクタデカノイルアミドエチル-2-ヘプタデシルイミダゾリニウムエトサルフェート、メチル-1-牛脂アミドエチル-2-牛脂アルキルイミダゾリニウムメトサルフェート、メチル-1-オレイルアミドエチル-2-オレイルイミダゾリニウムメトサルフェート、メチル-1-(2-イソステアロイルアミノエチル)-2-イソヘプタデシルイミダゾリニウムメトサルフェートなどの1種または2種以上の混合物である。

柔軟剤組成物中の配合量は7～50重量%(以下重量%を%と称する)、好ましくは8～30%である。なお、水難溶性又は水不溶性第4級アンモニウム塩は水性柔軟剤組成物において、公知の分散手段により平均粒径10μ以下、好ましく

は5μ以下の微粒子として分散されているのが望ましい。

本発明の成分(D)及び成分(C)は共に、ポリアルキレンオキシド付加型ノニオン界面活性剤である。アルキレンオキシドとしては、エチレンオキシド、プロピレンオキシド、ブチレンオキシド及びこれらの混合物が通常使用されるが、エチレンオキシドが好ましい。又、アルキレンオキシドの平均付加モル数は20～30モル、好ましくは30～60モルである。アルキレンオキシドがこれ以上短くなると、一般に低温保存下で粘度が増加する傾向にあるので、20モル以上であることが好ましい。

成分(B)の親油基であるアルキル鎖が直鎖型であるノニオン界面活性剤としては、アルキル基の炭素数が、12～22、好ましくは、14～18の直鎖状の第一級アルコール、脂肪酸、第一級アミン及び脂肪酸アミド等にアルキレンオキシドを20～30モル付加させたものの一種又は、二種以上である。具体的には、POA( $\bar{P}=50$ )

ヘキサデシルエーテル、POA ( $\bar{P}=40$ ) ステアリン酸エステル、POA ( $\bar{P}=50$ ) オクタデシルアミン及びPOA ( $\bar{P}=50$ ) 硬化牛脂アミド等である。成分(B)の柔軟剤組成物中の配合量は0.02~10%、好ましくは、0.05~5%である。尚、POAはポリオキシアルキレンオキシドを意味し、又、 $\bar{P}$ はアルキレンオキシドの平均付加モル数を示す。

構造の一部に芳香族又は、脂環族から成る環状基を有する成分(C)のノニオン界面活性剤としては、炭素数12~26、好ましくは、14~20のアルキルシクロヘキシルフェノール、アルキルシクロヘキサノール、アルキルフェノール、アルキルシクロヘキシルシクロヘキサノール、アルキルアニリン等にアルキレンオキシドを20~80モル付加させたものの一種又は、二種以上である。具体的には、POA ( $\bar{P}=30$ ) ノニルシクロヘキシルエーテル、POA ( $\bar{P}=40$ ) 4'- $\alpha$ -(4-n-プロピルシクロヘキシル)-シクロヘキシルエーテル、POA ( $\bar{P}=40$ ) p-

(trans-4-n-プロピルシクロヘキシル)-フェニルエーテル、POA ( $\bar{P}=60$ ) オクチルアニリン、POA ( $\bar{P}=30$ ) オクチルフェニルエーテル等である。尚、シクロヘキサノ環を有するノニオン活性剤の場合、立体異性体について特に記載の無いものは、trans体とcis体の混合物である。又、POA ( $\bar{P}=40$ ) ソルビタンモノステアレートといった、ポリアルキレンソルビタン脂肪酸エステルのような複素環を有するノニオン活性剤も成分(C)に含まれる。成分(C)の柔軟剤組成物中の配合量は0.02~10%、好ましくは、0.05~6%である。

又、成分(B)のノニオン界面活性剤と成分(C)のノニオン界面活性剤とは、それぞれ一種以上を混合して用いるが、その混合比率はモル比で(B)/(C)=9.5/0.5~1/9、好ましくは、9/1~2/8が望ましい。

本発明の成分(D)としては、水中で解離可能なすべての無機電解質が使用される。例えば、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化マグネシウム、

塩化アルミニウム、硫酸ナトリウム、硫酸アンモニウム、硫酸カリウム等である。特に塩化ナトリウムが好ましい。柔軟剤組成物中の成分(D)の配合量は、0.005~5%、好ましくは0.1~3%である。

成分(E)は、炭素数2から6までの多価アルコールである。具体的には、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ヘキシレングリコール、3-メチルペンタノー-1,3,5-トリオール(クラレインブレンケミカル商品名:ベトリオール)等である。成分(E)の柔軟剤組成物中への配合量は、1~50%、好ましくは、3~20%である。

本発明の柔軟剤組成物は、上記5成分を必須とし、前述した(B)/(C)成分の混合比以外にも、重量比で(A)/(B+C)=150/1~3/1、好ましくは、20/1~5/1、(A)/(D)=1000/1~10/1、好ましくは、100/1~15/1、(A)/(E)=50/1~1/10、好ましくは、10/1~1/5と

するのが望ましい。本発明の柔軟剤には、これら5成分の他に、水を残部として配合するものである。

一方、一般に、1価の低級脂肪酸アルコール、例えばエタノールおよびイソプロパノールを液体柔軟剤組成物に配合するのが普通である。事実、(A)の柔軟剤成分は、低級アルコールが希釈剤である70%~90%のベーストの形態として通常調整される。本発明の組成物は実質上低級脂肪酸アルコールを含むのは好ましくなく、これらのアルコールは前記組成物内に約5%、好ましくは約3%を超える量で存在すべきではない。(A)の柔軟剤成分が本発明の最終組成物内に約5%を超えるアルコール量を生ずるアルコール量の分散液として混入される場合には、本発明の組成物の調製に使用する前に若干またはすべてのアルコールを除去すべきである(例えば、加熱補助蒸発により)。低級アルコールは貯蔵時に(特に高い貯蔵温度において)粘度を増大させる傾向があり、そしてアルコールがイソプロピルアルコールであ

る場合には最終製品につけられた臭いは望ましくない。このほか、界面活性剤、pH調整剤、PEGのような乾燥凝固防止剤、シリコーン類、炭化水素、セルコース誘導体、発泡剤、顔料、染料、香料、酸化防止剤、紫外線吸収剤、蛍光増白剤などを適宜配合することができる。

〔発明の効果〕

本発明によれば、カチオン性柔軟剤を多量に含有しても粘度変化が少ないので、プラスチックボトルなどへの充填操作が容易であり、使用時にボトルから容易に取り出して取り扱いが楽である上、溶液の分離も生じないので、大きな商品価値を有するものである。

次に実施例により本発明を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

〔実施例〕

実施例における柔軟剤組成物の調製方法、粘度変化及び分離の有無の判定は次の方法によった。

○ 水性分散液の調製方法

成分(A)以外の成分を水に溶かし、これを

45℃に加熱し、攪拌しながらこれに少量の低級アルコールと水を含む成分(A)の溶解混合物を滴下して均一に分散させた後25℃まで冷却した。

○ 粘度の測定方法

粘度は、それぞれの保存温度で1ヶ月保存した後、B型粘度計(東京計器製)を用いて30rpmで測定した。

○ 分離の判定方法

内径4.5mmの透明なシリンダーボルトに底から7mmまで試料を入れ、各保存条件下で1ヶ月静置保存後、分離長を測定した。

判 定

○：分離せず

△：分離長3mm未満

×：分離長3mm以上

実施例1

(A) ジ硬化牛脂アルキルジメチルアンモニウム  
クロライド 13(%)

|                                      |            |
|--------------------------------------|------------|
| (B) POE ( $\bar{P}=60$ ) ステアリルエーテル   |            |
| (平均分子量=2900)                         | 0~1(%)     |
| (C) POE ( $\bar{P}=40$ ) ノニルフェニルエーテル |            |
| (平均分子量=1982)                         | 0~0.683(%) |
| (D) 塩化ナトリウム                          | 0.4(%)     |
| (E) エチレングリコール                        | 0~10(%)    |
| (F) 水                                | 残 部        |

より成る、水性柔軟剤組成物を成分(B)及び成分(C)の量をモル比で(B)/(C)=10/0~0/10まで変化させて調整し、保存安定性を評価した。尚、この組成中には、(A)成分より混入するイソプロピルアルコールを1.7(%)含有する。尚、POEはポリオキシエチレンを、 $\bar{P}$ はエチレンオキシドの平均付加モル数を示す。表-1に結果を示す。

表 - 1

|     | (B)成分<br>配合量<br>(%) | (C)成分<br>配合量<br>(%) | (B)/(C)<br>mol/mol | (E)成分<br>配合量<br>(%) | 配合<br>直後<br>粘度 | 粘 度 (cP) |        |     |      | 分 離 |     |     |
|-----|---------------------|---------------------|--------------------|---------------------|----------------|----------|--------|-----|------|-----|-----|-----|
|     |                     |                     |                    |                     |                | *1凍結     | 5℃     | 25℃ | 45℃  | 5℃  | 25℃ | 45℃ |
| 比較例 | 1                   | 0                   | 10/0               | 10                  | 110            | >10000   | >10000 | 145 | 400  | ○   | ○   | ○   |
| 本発明 | 0.9                 | 0.068               | 9/1                | 10                  | 105            | 1200     | 380    | 140 | 400  | ○   | ○   | ○   |
|     | 0.7                 | 0.205               | 7/3                | 10                  | 100            | 150      | 200    | 140 | 570  | ○   | ○   | ○   |
|     | 0.4                 | 0.410               | 4/6                | 10                  | 90             | 120      | 125    | 130 | 620  | ○   | ○   | ○   |
|     | 0.2                 | 0.547               | 2/8                | 10                  | 90             | 130      | 125    | 120 | 1000 | ○   | ○   | ○   |
| 比較例 | 0                   | 0.683               | 0/10               | 10                  | 100            | 155      | 100    | 135 | 3400 | △   | ○   | ○   |
| 本発明 | 0.7                 | 0.205               | 7/3                | 4                   | 100            | 820      | 280    | 140 | 520  | ○   | ○   | ○   |
| 比較例 | 0.7                 | 0.205               | 7/3                | 0                   | 100            | 4300     | 340    | 130 | 500  | ○   | ○   | ○   |

\*1凍結融解は、-15℃(40時間) → 25℃(8時間)の繰り返し3回

一般に柔軟剤の粘度は、商品価値上約1500 cP以下であることが望ましい。表-1より、ノニオン界面活性剤が(B)成分だけでは、5℃といった低温保存下で増粘し、一方ノニオン界面活性剤が(C)成分だけでは、45℃といった、高温保存下で増粘するのに対して、(B)(C)成分を共に含む本発明品によれば、高温(45℃)あるいは低温(5℃)保存にもかかわらず、増粘を1500 cP以下に抑制できることがわかる。又、更に(E)成分が配合されることにより、-15℃凍結復元性も改善され、且つ分離等の異常現象も生じないので、長期保存安定性が優れていることがわかる。

#### 実施例2

配合量等を種々変化させた組成物を調製し、性能を評価した。結果をまとめて表-2に示す。尚、表中の数字は配合量(%)を、i-PrOHはイソプロピルアルコールを、EtOHはエタノールを示す。又、抗菌剤としてはイソチアゾロン系抗菌剤を用いた。

これらの組成物は、いずれも配合直後の粘度が

80~200 cPであり、1ヶ月保存品の粘度も1500 cP以下であり、分離等の異常現象も認められず、良好な保存安定性を示した。

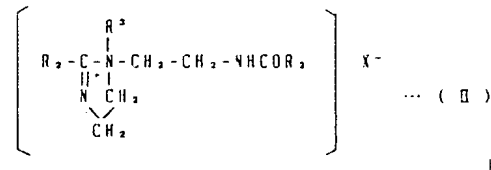


1

(1) 明細書第7頁の式(Ⅱ)を以下のように訂正する。

昭和 年 月 日

2263



- 631 -

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**